

**Verfahren und Vorrichtungen zur Erzeugung fester  
Filamente in einer Vakuumkammer**

5

Die Erfindung betrifft Verfahren zur Erzeugung fester Filamente durch Zuführung einer Flüssigkeit, insbesondere eines verflüssigten Gases in eine Vakuumkammer, mit den Merkmalen des Oberbegriffs von Anspruch 1. Die Erfindung betrifft auch  
10 Düsenanordnungen, die zur Durchführung derartiger Verfahren eingerichtet sind, und eine Strahlungsquelle mit einer derartigen Düsenanordnung und einer Vakuumkammer.

Es sind Röntgenstrahlungsquellen bekannt, bei denen ein flüssiges Targetmaterial mit einer Düsenanordnung in eine Vakuumkammer eingespritzt und dort durch Laser-Bestrahlung in einen Plasmazustand versetzt wird, in dem materialspezifische Röntgenfluoreszenzstrahlung emittiert wird. Hierbei ist es wünschenswert, dass das in die Vakuumkammer zugeführte Targetmaterial einen flüssigen Strahl (Jet) oder ein festes Filament  
20 (gefrorener Flüssigkeitsstrahl) mit einer möglichst hohen räumlichen Stabilität und einer möglichst geringen Divergenz bildet. Diese in gegenseitigem Zusammenhang stehenden Anforderungen dienen der Erhöhung der Stabilität und Reproduzierbarkeit der bei jeder Laser-Bestrahlung generierten Röntgenstrahlung. Des Weiteren besteht ein Interesse, die Laser-Bestrahlung mit einem möglichst großen Abstand von der Düsenanordnung durchzuführen, weil aus dem Plasmazustand des Targetmaterials auch Ionen und andere schnelle Teilchen emittiert werden, die zu einer Erosion und Beschädigung der Düse  
30 führen können.

Die genannten Anforderungen werden mit herkömmlichen Röntgenstrahlungsquellen nur unbefriedigend erfüllt. Flüssige Strah-

len besitzen eine bestimmte Zerfallslänge, innerhalb derer sich Fluktuationen in der Flüssigkeit aufschaukeln, bis der Strahl in Tropfen zerfällt. Die Zerfallslänge ist von der Oberflächenspannung der Flüssigkeit und deren Viskosität abhängig. Bisher musste die Laser-Bestrahlung mit einem Abstand von der Düse erfolgen, der geringer als die Zerfallslänge ist.

In US 2002/0044629 A1 wird eine Düsenanordnung zur Zuführung von verflüssigtem Xenon in eine Vakuumkammer beschrieben. Die Düsenanordnung besitzt eine Düsenheizung, mit der unerwünschte, die Strömungsform nachteilig beeinflussende Ablagerungen des Targetmaterials an der Düse vermieden werden sollen. Diese Technik verbessert zwar die Reproduzierbarkeit der Strömungsformung. Nachteilig ist jedoch, dass mit der Düsenheizung das Targetmaterial an sich nicht beeinflusst wird, so dass auch Instabilitäten oder Fluktuationen im strömenden Targetmaterial nicht vermindert werden können. Das einströmende Material bildet keinen stabilen Strahl, sondern einen nach einer kurzen Wegstrecke in Tropfen oder einen Spray zerfallenden Strömungsabschnitt. Beispielsweise wird, wenn das in die Vakuumkammer einströmende flüssige Material gefriert, ein Strömungsabschnitt aus festem Material geformt, das nach kurzer Zeit zerfällt und einen Spray bildet. Die in US 2002/0044629 A1 beschriebene Technik besitzt daher eine beschränkte Wirksamkeit, der Fokus der Laser-Bestrahlung muss dicht an der Düse lokalisiert sein.

Die genannten Instabilitäten im strömenden Targetmaterial treten insbesondere bei Röntgenstrahlungsquellen auf, deren flüssiges Targetmaterial durch eine Kondensation eines Gases gebildet wird. Die Kondensation erfolgt in einem Wärmeaustauscher, wie es z. B. in EP 1 182 912 A1 oder WO 02/085080 A1 beschrieben ist. Herkömmlich verwendete Wärmetauscher besit-

zen typischerweise ein Kondensationsgefäß, dessen Wände mit einem Kühlmedium, wie z. B. flüssigem Stickstoff gekühlt werden. Sowohl in einem angeschlossenen Stickstoffreservoir als auch bei der Verflüssigung im Kondensationsgefäß kommt es zu  
5 einer Blasenbildung und zu Siedeverzug. Dadurch werden Schwingungen, die sich auf den ausströmenden Jet übertragen, oder sogar Unterbrechungen des Jets verursacht. Derartige Unterbrechungen sind jedoch für die Anwendung z. B. von Röntgenstrahlungsquellen in der Praxis unakzeptabel, bei denen  
10 eine unterbrechungsfreie Laufzeit über Stunden oder Tage gefordert wird.

Wenn der Wärmetauscher mit einem Verdampfungskühler arbeitet, dessen Kompressor mechanisch direkt mit der Düse verbunden  
15 ist (siehe z. B. WO 02/085080 A1), können Instabilitäten im strömenden Targetmaterial des Weiteren durch Schwingungen verursacht werden, die vom Kompressor ausgehen.

Die genannten Probleme treten nicht nur in herkömmlichen  
20 Röntgenstrahlungsquellen auf, sondern auch bei anderen Anwendungen dünner Flüssigkeitsstrahlen als Target für physikalisch-chemische Untersuchungen im Hochvakuum, wie z. B. bei der Erzeugung von EUV-Strahlung oder bei der Ankopplung technischer oder medizinischer Probenflüssigkeiten an Massen-  
25 spektrometer. Auch in diesen Fällen besteht ein Interesse an kompakten, zuverlässig arbeitenden und wartungsfreundlichen Strahlinjektionssystemen.

Die Aufgabe der Erfindung ist es, verbesserte Verfahren zur  
30 Erzeugung fester Filamente in einer Vakuumkammer bereitzustellen, mit denen die Nachteile der herkömmlichen Techniken überwunden werden. Die Aufgabe besteht insbesondere in der Bereitstellung von Verfahren, mit denen feste Filamente aus verflüssigten Gasen mit erhöhter zeitlicher und räumlicher

- Stabilität erzeugt werden können. Die Filamente sollen sich ferner durch eine Unterbrechungsfreiheit und eine erhöhte Richtungsstabilität (oder: verminderte Divergenz) auszeichnen. Ein weiterer Teilaspekt der Aufgabe der Erfindung besteht darin, dass das Verfahren mit herkömmlichen Vakuumeinrichtungen, insbesondere mit an sich verfügbaren Strahlungsquellen oder Massenspektrometern kompatibel sein und einen erweiterten Anwendungsbereich in Bezug auf die in das Vakuum zuführbaren Gase besitzen soll. Die Aufgabe der Erfindung ist es auch, verbesserte Düsenanordnungen bereitzustellen, mit denen die Nachteile der herkömmlichen Anordnungen überwunden werden und die insbesondere zur zeitlich und räumlich stabilen Injektion von Targetmaterial und zur dauerhaften Erzeugung langer Filamente insbesondere von verflüssigten Gasen im Hochvakuum geeignet sind. Die erfindungsgemäßen Düsenanordnungen sollen insbesondere für die Injektion verschiedener Targetmaterialien geeignet sein oder leicht für die Zuführung verschiedener Targetmaterialien angepasst werden können.
- 20 Diese Aufgaben werden mit Verfahren und Düsenanordnungen mit den Merkmalen gemäß den Ansprüchen 1 oder 17 gelöst. Vorteilhafte Ausführungsformen der Erfindung ergeben sich aus den abhängigen Ansprüchen.
- 25 Verfahrensbezogen basiert die Erfindung auf der allgemeinen technischen Lehre, zur Erzeugung fester Filamente in einem Vakuum zunächst ein Gas zu verflüssigen und anschließend das verflüssigte Gas über eine Düse in das Vakuum zu injizieren, wobei die Verflüssigung des Gases mit einer Einstellung von
- 30 Zustandsgrößen der Flüssigkeit verbunden ist, die so gewählt sind, dass die Flüssigkeit nach dem Verlassen der Düse durch die Entspannung im Vakuum und damit verbundenen Abkühlung in den festen Aggregatzustand überführt wird. Die Zustandsgrößen umfassen den Druck und die Temperatur der Flüssigkeit. Sie

bestimmen einen p-T-Arbeitspunkt im flüssigen Bereich des Phasendiagramms, der in unmittelbarer Nähe der Flüssig-Fest-Phasengrenze gewählt ist. Im Unterschied zu der herkömmlichen Kondensationsverflüssigung wird erfindungsgemäß in einer Wärmeaustauschereinrichtung ein vorbestimmter Arbeitspunkt der Flüssigkeit eingestellt, bei dem die Flüssigkeit nach dem Austritt aus der Düse einen kollimierten und stabilen Strahl im festen Aggregatzustand bildet. Der Strahl ist ein gerades, fadenförmiges Gebilde im festen Aggregatzustand (Filament), das sich zerfallsfrei im Vakuum fortsetzt. Der freie Strahl ist zeitlich und räumlich stabil.

Vorteilhafterweise kann durch die Einstellung des Arbeitspunktes die Länge des zunächst flüssigen Strahls im Vakuum (oder die Dauer des flüssigen Zustands) in bestimmter Weise eingestellt und minimiert oder sogar nahezu auf Null reduziert werden. Dadurch wird die Querschnittsform des Flüssigkeitsstrahls, die durch die Gestalt der Düse vorgegeben ist, unmittelbar der gefrierenden Flüssigkeit aufgeprägt, die das feste Filament bildet. Nicht reproduzierbare Strahlverbreiterungen, die bei herkömmlichen Flüssigkeitsinjektionen im Vakuum auftreten, werden vermieden.

Der Übergang in den festen Aggregatzustand erfolgt durch die Einstellung des Arbeitspunktes vorteilhafterweise mit großer Geschwindigkeit. Er ist bei einem Abstand von der Düse, der auch als Einfrierlänge bezeichnet wird, als scharfe Grenze beobachtbar. Unregelmäßigkeiten im festen Zustand durch eventuell im flüssigen Zustand noch vorhandene Fluktuationen werden unterdrückt. Der Übergang in den festen Aggregatzustand erfolgt vorzugsweise unmittelbar nach dem Austritt der Flüssigkeit aus der Düse. Die Einfrierlänge ist kürzer als die Zerfallslänge der Flüssigkeiten.



Allgemein umfasst die Einstellung des vorbestimmten p-T-Arbeitspunkts der Flüssigkeit die Einstellung von Druck- und/oder Temperaturwerten. Grundsätzlich besteht die Möglichkeit, bei einer bestimmten Temperatur in der Wärmeaustauschereinrichtung den gewünschten Arbeitspunkt über den Druck des über die Zufuhrleitung zuströmenden Gases oder entsprechend über die Strömungsgeschwindigkeit der Flüssigkeit durch die Wärmeaustauschereinrichtung einzustellen. Gemäß einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung umfasst die Einstellung des vorbestimmten p-T-Arbeitspunktes jedoch eine Temperatureinstellung. Die Einstellung einer Arbeitspunkttemperatur  $T_0$  in der Wärmeaustauschereinrichtung derart, dass die Flüssigkeit nach dem Austritt aus der Düse unmittelbar in den festen Zustand übergeht, kann insbesondere in Abhängigkeit von der Strömungsgeschwindigkeit in der Wärmeaustauschereinrichtung erfolgen. Vorteilhafterweise kann, wenn die Flüssig-Fest-Phasengrenze im Phasendiagramm unter praktisch interessierenden Bedingungen im Wesentlichen druckunabhängig verläuft, wie dies bspw. bei Xenon der Fall ist, die Temperatureinstellung unabhängig von der Strömungsgeschwindigkeit oder dem Druck der Flüssigkeit erfolgen.

Wenn zusätzlich nach der Temperatureinstellung eine Druckeinstellung vorgesehen ist, können vorteilhafterweise die Stabilität und Kollimation des Strahls noch verbessert werden. Die Druckeinstellung ermöglicht eine Feinjustierung des gewünschten Arbeitspunktes.

Wenn im Fall einer konkreten Anwendung die Temperatur- und Druckbedingungen der Flüssigkeit vorgegeben sind, kann gemäß einer weiteren Variante der Erfindung die Einstellung des p-T-Arbeitspunktes durch eine Einstellung eines gewünschten Leitungsdurchmessers der Zufuhrleitung erfolgen.

Besonders bevorzugt ist die Einstellung einer kritischen Temperatur der Flüssigkeit, die weniger als 1 Grad Kelvin, insbesondere 0.5 Grad, zum Beispiel ein oder einige Zehntel über dem Tripelpunkt der Flüssigkeit liegt. Vorteilhafterweise wird damit ein vorzeitiges Gefrieren der Flüssigkeit in der Wärmeaustauschereinrichtung vermieden, wobei die Bedingungen zur Eisbildung im freien Strahl in vorteilhafter Weise realisiert werden, sobald die Flüssigkeit nach dem Austritt aus der Düse entspannt wird.

10

Gemäß einer weiteren bevorzugten Ausführungsform der Erfindung erfolgt die Temperierung der Flüssigkeit, während diese durch eine Zufuhrleitung strömt. Im Unterschied zur Verwendung von Kondensationsgefäßen in herkömmlichen Wärmeaustauschern erfolgt die Verflüssigung und Temperatureinstellung der Flüssigkeit in der Zufuhrleitung. Vorteilhafterweise wird eine verlangsamte schonende Kondensation des einströmenden Gases erreicht, so dass unerwünschte Schwingungen durch einen Siedeverzug vermieden werden können. Die Temperatureinstellung für die Wahl des gewünschten p-T-Arbeitspunktes kann unter Berücksichtigung eines ggf. bis zur Düse auftretenden Temperaturgradienten erfolgen. Beispielsweise kann zwischen der Wärmeaustauschereinrichtung und der Düse eine geringfügige Erwärmung auftreten, die bei der Temperatureinstellung in der Wärmeaustauschereinrichtung möglichst kompensiert wird. Da dies insbesondere bei einem Kühlen dicht an den Tripelpunkt der Flüssigkeit nur beschränkt möglich ist, wird erfindungsgemäß der Abstand zwischen der sich entlang der Zufuhrleitung erstreckenden Wärmeaustauschereinrichtung und der Düse möglichst klein gehalten. Gemäß einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung erstreckt sich die Wärmeaustauschereinrichtung entlang der Zufuhrleitung bis zur Düse, die in die Wärmeaustauschereinrichtung integriert oder an diese direkt angrenzend angeordnet sein kann. Entsprechend ist die in

30

der Wärmeaustauschereinrichtung eingestellte Temperatur der Flüssigkeit im Wesentlichen gleich der Temperatur der Flüssigkeit in der Düse, so dass vorteilhafterweise der p-T-Arbeitspunkt der Flüssigkeit mit erhöhter Genauigkeit einstellbar ist.

Die Verflüssigung entlang der Zufuhrleitung kann mit verschiedenen Arten von Wärmeaustauschereinrichtungen realisiert werden, wie z. B. mit Wärmeaustauschereinrichtungen, bei denen eine Kühlung durch die Zufuhr eines Kühlmediums oder auf der Grundlage des thermoelektrischen Effekts erfolgt. Besonders bevorzugt erfolgt die erfindungsgemäße Temperatureinstellung mit einem flüssigen Kühlmedium. Bei der Verwendung eines gasförmigen Kühlmediums können lokal unerwünschte Temperaturgradienten auftreten, die ein lokales Einfrieren oder eine lokale Blasenbildung verursachen. Die Verwendung eines flüssigen Kühlmediums dagegen ermöglicht eine homogenere Temperatureinstellung in der Wärmeaustauschereinrichtung. Unerwünschte lokale Temperaturgradienten werden ausgeschlossen.

Dies ermöglicht, dass die Flüssigkeit möglichst dicht an den gewünschten Arbeitspunkt, insbesondere an den Tripelpunkt gekühlt werden kann.

Wenn die Temperatur des Kühlmediums in der Wärmeaustauschereinrichtung mit einem Thermostaten eingestellt wird, können sich weitere Vorteile für die Genauigkeit der Einstellung des p-T-Arbeitspunktes ergeben. Die Verwendung eines Thermostaten bedeutet, dass die Temperatur des Kühlmediums fest eingestellt werden kann. Im Gegensatz zu herkömmlichen Verflüssigungseinrichtungen, bei denen am Kondensationsgefäß eine Kühlung und zur Vermeidung eines Einfrierens der Flüssigkeit eine Gegenheizung erfolgen, so dass laufend zeitliche und räumliche Temperaturschwankungen entstehen, ist erfindungsgemäß eine Thermostatierung vorgesehen, unter deren Wirkung der ge-



wünschte Arbeitspunkt mit hoher Genauigkeit und zeitlicher Stabilität eingestellt werden kann.

Wenn durch den Thermostatenbetrieb, z. B. durch Kompressoren  
5 mechanische Schwingungen verursacht werden können, so erfolgt  
vorzugsweise eine Schwingungsentkopplung zwischen dem Ther-  
mostaten und der Düsenanordnung. Vorzugsweise wird der Ther-  
mostat räumlich getrennt von einer Vakuumkammer mit der Dü-  
senanordnung betrieben und mit der Wärmeaustauschereinrich-  
10 tung über Kühlmittelleitungen verbunden, in deren Verlauf un-  
erwünschte mechanische Schwingungen gedämpft werden können.

Besondere Vorteile für die genaue und stabile Einstellung des  
p-T-Arbeitspunktes der Flüssigkeit können sich ergeben, wenn  
15 die Temperatur des Kühlmediums mit wenigstens einem der fol-  
genden Regelkreise eingestellt wird. Gemäß einer ersten Vari-  
ante kann in der Wärmeaustauschereinrichtung mit mindestens  
einem Temperatursensor eine Temperaturmessung erfolgen. Die  
gemessene Temperatur kann mit vorgegebenen Bezugswerten ver-  
20 glichen werden. Bei einer Abweichung können die Zufuhr  
und/oder Temperatur des Kühlmediums gesteuert werden. Gemäß  
einer zweiten Variante kann eine optische Erfassung des in  
das Vakuum austretenden freien Strahls der temperierten Flüs-  
sigkeit und insbesondere der Einfrierlänge des Strahls vorge-  
25 sehen sein. In diesem Fall kann die Regelung der Zufuhr  
und/oder Temperatur des Kühlmediums in Abhängig-keit vom Er-  
gebnis der optischen Messung der im Vakuum sich bildenden  
räumlichen Phasengrenze zwischen dem flüssigen Strahl und dem  
festen Filament erfolgen.

30

Der p-T-Arbeitspunkt der Flüssigkeit wird vorzugsweise so  
eingestellt, dass die Einfrierlänge der Flüssigkeit geringer  
als 10 mm, besonders bevorzugt geringer als 5 mm ist.

Allgemein kann die Düse, durch die die Flüssigkeit in das Vakuum austritt, durch das Ende der Zufuhrleitung gebildet werden. Gemäß einer besonders bevorzugten Ausführungsform der Erfindung ist jedoch eine gesonderte Düse (Düsenkopf) vorgesehen, in der die Flüssigkeit einer Strahlformung unterzogen wird. Die Strahlformung umfasst die Bildung (oder Stabilisierung) eines bestimmten Strömungsprofils im Strahl und/oder die Einstellung eines bestimmten Querschnittsprofils des Flüssigkeitsstrahls. Es ist insbesondere eine Verjüngung des Querschnittsprofils vorgesehen. Für einen wirbelfreien Flüssigkeitsaustritt erfolgt im Düsenkopf in Strömungsrichtung eine Verengung des Strömungsquerschnitts, in dem die Flüssigkeit eine nach innen gewölbte, zur Mitte konvexe Innenkontur des Düsenkopfes durchläuft.

15

Ein besonderer Vorteil des erfindungsgemäßen Verfahrens besteht darin, dass es nicht auf ein bestimmtes Targetmaterial, z. B. für Strahlungsquellen beschränkt ist, sondern problemlos an die verschiedensten Gase und Flüssigkeiten angepasst werden kann. Beispielsweise können erfindungsgemäß Filamente aus Stickstoff, Wasserstoff, Wasser oder organischen Flüssigkeiten erzeugt werden. Besondere Vorteile beim stabilen Düsenbetrieb zeigen sich jedoch bei der Injektion verflüssigter Edelgase, wie z. B. Helium, Argon, Krypton oder Xenon. Besonders bevorzugt wird die Erfindung mit verflüssigtem Xenon umgesetzt, da dieses eine hohe Effektivität bei der plasmabasierten Strahlungserzeugung besitzt.

Vorrichtungsbezogen wird die oben genannte Aufgabe durch die Bereitstellung einer Düsenanordnung, insbesondere zur Erzeugung fester Filamente in Vakuum mit einer Wärmeaustauschereinrichtung zur Gasverflüssigung und einer Zufuhrleitung mit einer Düse gelöst, wobei mit der Wärmeaustauschereinrichtung der oben genannte p-T-Arbeitspunkt des verflüssigten Gases

30

einstellbar ist. Die Verwendung der Wärmeaustauschereinrichtung zur Einstellung eines vorbestimmten p-T-Arbeitspunktes der Flüssigkeit besitzt den Vorteil, dass die Düsenanordnung kompakt aufgebaut werden kann und mit den Vakuumkammern, die für typische Anwendungen der Erfindung vorgesehen sind, wie z. B. Vakuumkammern von Strahlungsquellen oder Massenspektrometern, kompatibel ist. Die Wärmeaustauschereinrichtung bildet eine Einstelleinrichtung, mit der mindestens eine Zustandsgröße der strömenden Flüssigkeit in vorbestimmter Weise steuerbar ist.

Wenn sich die Wärmeaustauschereinrichtung gemäß einer bevorzugten Ausführungsform der erfindungsgemäßen Düsenanordnung entlang der Zufuhrleitung des Gases erstreckt, ergeben sich die o. g. Vorteile für eine besonders schonende und vibrationsfreie Verflüssigung. Besonders bevorzugt ist die Bereitstellung einer Wärmeaustauschereinrichtung, in die der Düsenkopf integriert ist oder die sich bis zum Düsenkopf erstreckt, da in diesem Fall der Arbeitspunkt der aus dem Düsenkopf austretenden Flüssigkeit mit besonderer Genauigkeit einstellbar ist. Weitere Vorteile ergeben sich für eine homogene, unterbrechungsfreie Verflüssigung in der Zufuhrleitung.

Wenn die Zufuhrleitung gewunden, zum Beispiel spiralförmig durch die Wärmeaustauschereinrichtung mit einem Kühlmedium verläuft, so kann dies für einen besonders kompakten Aufbau der Düsenanordnung von Vorteil sein. Alternativ kann die Zufuhrleitung eine gerade Form besitzen.

Die Wärmeaustauschereinrichtung der erfindungsgemäßen Düsenanordnung ist vorzugsweise ein Gegenstromkühler, an dessen stromabwärts gelegenen Ende ein Kühlmedium zugeführt und an dessen stromaufwärts gelegenen Ende das Kühlmedium wieder abgeführt wird. Durch das Gegenstromprinzip wird eine gleich-

förmige Temperatureinstellung in der Wärmeaustauschereinrichtung erreicht.

Die Wärmeaustauschereinrichtung der erfindungsgemäßen Düsenanordnung umfasst vorzugsweise ein zylinderförmiges Gefäß, durch das die Zufuhrleitung verläuft und in dem das Kühlmedium angeordnet ist. Es ist bspw. ein rohrförmiger Kühlmantel vorgesehen, der an einem, zum Vakuum weisenden Ende mit der Düse und am entgegengesetzten Ende mit einer Anschlussplatte zur Durchführung von Gas- und Kühlmedium-Leitungen verschlossen ist.

Vorteile für eine erhöhte Flexibilität bei der Anwendung der Düsenanordnung können sich ergeben, wenn der Düsenkopf demontierbar oder mit einer veränderlichen Abgaberichtung am Kühlmantel und/oder die gesamte Wärmeaustauschereinrichtung mit einer veränderlichen Abgaberichtung, zum Beispiel verkipptbar oder verschwenkbar an einer Vakuumkammer angeordnet werden kann. In diesen Fällen kann die Düsenanordnung einfach an verschiedene Aufgaben und Flüssigkeiten angepasst werden.

Die Kompatibilität mit der verfügbaren Vakuumtechnik kann verbessert werden, wenn der Kühlmantel der Wärmeaustauschereinrichtung mit einer Befestigungseinrichtung ausgestattet ist, die sich zur druckdichten Fixierung an der Düsenanordnung an einem Vakuumflansch einer Vakuumkammer eignet.

Gemäß einer besonders bevorzugten Ausführungsform der Erfindung ist die Wärmeaustauschereinrichtung mit einem Thermostaten verbunden. In diesem Fall können sich Vorteile für die Einstellung einer bestimmten Kühlmedium-Temperatur ergeben. Zeitliche und räumliche Temperaturgradienten, wie sie bei herkömmlichen Verflüssigern mit Gegenheizung auftreten, werden vermieden. Der Thermostat ist vorzugsweise von der Wärme-

austauschereinrichtung schwingungsentkoppelt angeordnet, damit eine Wirkung von mechanischen Schwingungen, die beim Thermostatbetrieb entstehen, auf die Gasverflüssigung möglichst unterdrückt wird. Hierzu ist der Thermostat über Kühlmedium-Leitungen mit der Wärmeaustauschereinrichtung verbunden und getrennt von der Vakuumkammer positioniert. Wenn die Kühlmedium-Leitungen thermisch isoliert sind und z. B. vakuumisoliert durch einen Vakuumschlauch verlaufen, wird vorteilhafterweise ein Wärmeverlust entlang der Leitungen vermieden und die Genauigkeit der Temperatureinstellung erhöht.

Weitere Vorteile der Erfindung können sich ergeben, wenn die Düsenanordnung mit einem Temperatur- oder Dampfdrucksensor in der Wärmeaustauschereinrichtung und/oder einer optischen Messeinrichtung zur Erfassung insbesondere der Austrittsöffnung der Düse ausgestattet ist. Diese Messeinrichtungen vereinfachen die Bereitstellung der o. g. Regelkreise zur Stabilisierung der Kühlmedium-Temperatur.

Wenn gemäß einer weiteren Modifikation der Düsenanordnung die Düse eine konvexe Innenkontur aufweist, können sich Vorteile für die Strahlformung der austretenden Flüssigkeit ergeben. Die Flüssigkeit strömt im Wesentlichen wirbelfrei aus dem Düsenkopf und geht in diesem stabilisierten Zustand unmittelbar nach Eintritt in das Vakuum in den festen Zustand über.

Die Düse ist vorzugsweise über eine Dichtung mit einer hohen Wärmeleitfähigkeit mit dem Ende der Zufuhrleitung verbunden. Damit werden Temperaturgradienten zwischen der Zufuhrleitung in der Wärmeaustauschereinrichtung und dem Düsenkopf vermindert. Die Dichtung besteht vorzugsweise aus einer Legierung aus Kupfer und Beryllium oder aus Messing.



Zur Vermeidung eines Rückflusses des verflüssigten Gases allein unter der Wirkung von Kapillarkräften kann in der Zufuhrleitung ein Porenfilter vorgesehen sein.

5 Die Erfindung besitzt die folgenden weiteren Vorteile. Die Düsenanordnung bildet ein kompaktes, temperaturstabiles Hochdruckdüsensystem, das im Temperaturbereich von 2 K bis 600 K arbeitsfähig ist. Die im Vakuum gefrorenen Filamente können mit einer Länge von mindestens 10 cm, insbesondere mindestens  
10 20 cm und einem Durchmesser im Bereich von 10  $\mu\text{m}$  bis 100  $\mu\text{m}$  hergestellt werden. Damit wird insbesondere zur Erzeugung von Röntgen- oder UV-Strahlung ein erheblich vergrößerter Abstand des Fokus der Laser-Strahlung auf das gefrorene Filament vom Düsenkopf erzielt. Die Erosion des Düsenkopfs wird vermieden  
15 oder verzögert, so dass sich die Lebensdauer der Strahlungsquellen verlängert. Des Weiteren können Filamente mit einer extrem hohen Richtungsstabilität erzeugt werden.

Ein weiterer Vorteil der Erfindung besteht darin, dass ein  
20 Betrieb der Düsenanordnung mit verschiedenen, insbesondere horizontalen oder vertikalen Abgaberrichtungen ermöglicht. Mit der erfindungsgemäßen Düsenanordnung können insbesondere feste Filamente horizontal oder vertikal nach oben in eine Vakuumkammer injiziert werden.

25 Durch die Einstellung des p-T-Arbeitspunkts der Flüssigkeit kann die Verfestigung entlang einer Weglänge im Vakuum erzielt werden, die geringer als 5 mm ist. Beispielsweise erfolgt die Verfestigung von Xenon bereits nach einer Weglänge  
30 von 1 bis 2 mm. Diese gezielte Verfestigung unmittelbar nach dem Düsenkopf kann mit herkömmlichen Düsen nicht erreicht werden.

Ein weiterer Vorteil der erfindungsgemäßen Düsenanordnung besteht im geringen Durchmesser des Kühlmantels der Wärmeaustauschereinrichtung. Um die Düse kann ausreichend Platz verfügbar gemacht werden, um eine möglichst hohe mittlere freie Weglänge der verdampften Teilchen zu erzielen. Mit einer hohen Pumprate kann ein schnelles Verdampfen und damit eine schnelle Abkühlung der Flüssigkeit unterstützt werden. Je geringer der Durchmesser ist, desto größer kann ferner der dem jeweiligen Experiment zugängliche Arbeits-Raumwinkelbereich gewählt werden. Die Düsenanordnung kann leicht in Bezug auf die Einbaulänge im Vakuum verändert werden.

Weitere Vorteile und Einzelheiten der Erfindung werden aus der Beschreibung der beigefügten Zeichnungen ersichtlich. Es zeigen:

Figur 1: eine schematische Illustration der Einstellung des Arbeitspunkts einer erfindungsgemäßen in ein Vakuum injizierten Flüssigkeit,

20

Figur 2: ein Phasendiagramm von Xenon,

Figur 3: eine schematische Perspektivansicht einer bevorzugten Ausführungsform der erfindungsgemäßen Düsenanordnung,

25

Figur 4: eine Schemadarstellung der Anbringung einer erfindungsgemäßen Düsenanordnung an einer Vakuumkammer,

Figuren 5 und 6: weitere Einzelheiten der Düsenanordnung gemäß Figur 3 und ihrer Verbindung mit einem Thermostaten,

30

- Figur 7: eine vergrößerte Schnittansicht einer erfindungsgemäß verwendeten Düse,
- Figur 8: eine schematische Perspektivansicht einer weiteren Ausführungsform der erfindungsgemäßen Düsenanordnung,
- Figur 9: Photographien, die wesentliche Vorteile der Erfindung illustrieren, und
- Figur 10: eine schematische Illustration einer Röntgenstrahlungsquelle, die mit einer erfindungsgemäßen Düsenanordnung ausgestattet ist.
- Ausführungsformen der Erfindung werden im Folgenden unter beispielhaftem Bezug auf die Erzeugung von Xenon-Filamenten in der Vakuumkammer einer Röntgenstrahlungsquelle beschrieben. Die Umsetzung der Erfindung ist jedoch nicht auf diese Anwendung beschränkt, sondern vielmehr auch mit anderen Targetmaterialien, Strahl- und Filamentdimensionen, Quellen für andere Strahlungsarten und andere technische Aufgaben möglich.

Bezug nehmend auf die Figuren 1 und 2 werden zunächst thermodynamische Überlegungen zur Umsetzung der Erfindung in die Praxis erläutert. Figur 1 zeigt in schematischer Schnittansicht das freie, in ein Vakuum ragende Ende einer erfindungsgemäßen Düsenanordnung 10 mit einer Wärmeaustauschereinrichtung 20, die sich entlang einer Zufuhrleitung 27 erstreckt, und einer Düse, die durch einen an die Zufuhrleitung 27 angrenzenden Düsenkopf gebildet wird. Zur Erzeugung eines festen Filaments 1, z. B. als Targetmaterial zur Röntgenstrahlenerzeugung wird in der Wärmeaustauschereinrichtung 20 ein Gas verflüssigt und die Flüssigkeit durch den Düsenkopf 30 in

das Vakuum eingeführt. Dabei wird zunächst ein freier Flüssigkeitsstrahl 2 (Jet 2) gebildet. Beim Austritt aus dem Düsenkopf 30 fährt die Flüssigkeit eine Druckverminderung (Entspannung). Beim Austritt in das Vakuum beginnt eine Verdampfung von der Oberfläche des Flüssigkeitsstrahls 2, dessen Temperatur durch die Verdampfungskühlung sinkt. Sobald die Temperatur unter den Gefrierpunkt der Flüssigkeit fällt, folgt der Übergang in den festen Aggregatzustand (s. Pfeil). Ein wesentliches Merkmal der Erfindung besteht darin, dass die Zustandsgrößen der Flüssigkeit in der Zufuhrleitung 27 auf einen p-T-Arbeitspunkt derart eingestellt werden, dass der Abstand a (Einfrierlänge a, siehe Figur 1) des Verfestigungspunktes vom Austrittsende 31 des Düsenkopfes 30 kleiner als die Zerfallslänge der Flüssigkeit eingestellt, vorzugsweise minimiert und nahezu auf Null reduziert wird.

Zur Erläuterung der Einstellung des p-T-Arbeitspunktes wird auf das in Figur 2 beispielhaft gezeigte Phasendiagramm von Xenon Bezug genommen. Das Phasendiagramm illustriert den festen (s), flüssigen (l) und gasförmigen (g) Zustand in Abhängigkeit von den Zustandsgrößen Druck (p) und Temperatur (T). Die Kurvenzweige im Phasendiagramm repräsentieren die Phasengrenzen, sie berühren sich am Tripelpunkt  $T_T$ . Erfindungsgemäß wird der p-T-Arbeitspunkt der Flüssigkeit in dem schraffierten Bereich des flüssigen Aggregatzustandes eingestellt, in dem durch eine geringe Temperaturverminderung der Übergang in den festen Zustand erreicht wird. Vorteilhafterweise verläuft der Flüssig-Fest-Übergang für Xenon und andere interessierende Targetmaterialien im interessierenden Druckbereich im Wesentlichen druckunabhängig (vertikaler Verlauf des s-l-Zweiges oberhalb des Tripelpunktes  $T_T$ ) oder mit einer geringen Druckabhängigkeit. Dies erleichtert, zunächst ausschließlich über die Temperatureinstellung mit der Wärmeaustauschereinrichtung 20 den gewünschten p-T-Arbeitspunkt bereitzustellen.

len und anschließend ggf. noch eine Feinjustierung zur Kollimation des Strahls durch eine Einstellung des Arbeitsdruckes (Druck, mit dem das Gas in der Zufuhrleitung zugeführt wird) zu realisieren.

5

Die Arbeitspunkttemperatur  $T_0$ , die mit der Wärmeaustauscheinrichtung 20 in der Flüssigkeit gestellt wird, die durch die Zufuhrleitung 27 strömt, wird wie folgt mit einer geringen Temperaturdifferenz über den Tripelpunkt  $T_T$  gewählt. Die Temperaturdifferenz muss einerseits zur Vermeidung unerwünschten Ausfrierens durch thermodynamische Fluktuationen bereits im Düsenkopf genügend groß und zur Einstellung der Einfrierlänge  $a$  (siehe Figur 1) unterhalb von z. B. 5 mm genügend gering gewählt werden, wobei auch ein Temperaturgradient zu berücksichtigen ist, der sich zwischen der Wärmeaustauschereinrichtung 20 und dem Austrittsende 31 des Düsenkopfes 30 bilden kann. Im Fall von Xenon liegt die eingestellte Arbeitspunkttemperatur im Bereich von 161.5 K bis 165 K. Allgemein wird eine Kühlung der Flüssigkeit bis auf Bruchteile eines Grad K an den Tripelpunkt (z. B. weniger als 1 Grad) realisiert.

Die Strömungsgeschwindigkeit der Flüssigkeit in der Zufuhrleitung beträgt bei einem Arbeitsdruck von rd. 1 bar rd. 10 m/s und bei einem Arbeitsdruck von rd. 100 bar rd. 100 m/s. Typischerweise wird eine Strömungsgeschwindigkeit von rund 50 m/s eingestellt.

Für die genaue und stabile Einstellung der Einfrierlänge  $a$  ist es des Weiteren wichtig, dass die Arbeitspunkttemperatur  $T_0$  mit einer großen Genauigkeit und zeitlichen Stabilität eingestellt wird. Hierzu können auf der Grundlage der an sich aus Tabellenwerken bekannten thermodynamischen Eigenschaften der zu injizierenden Flüssigkeit und der Materialien der Düsenanordnung und aus den Betriebsparametern der Düsenanord-



nung, wie insbesondere dem Volumenstrom der Flüssigkeit durch die Düsenanordnung 10 und der Länge der Zufuhrleitung 27 entlang der Wärmeaustauschereinrichtung 20 die erforderliche Kühlleistung in der Wärmeaustauschereinrichtung 20 und damit  
5 die gewünschte Temperatur und Durchflussmenge des Kühlmediums ermittelt werden. Besonders bevorzugt werden diese Größen so gewählt, dass nach Durchlauf der Wärmetauschereinrichtung der Temperaturunterschied zwischen der Flüssigkeit und dem Kühlmedium im wesentlichen verschwindet. In diesem Fall wird die  
10 eingestellte Temperatur von der Strömungsgeschwindigkeit in der Leitung unabhängig und die Stabilität der Temperatureinstellung verbessert.

Zum Beispiel kann der Volumen- oder Massenstrom der Flüssigkeit in der Zufuhrleitung 27 mit den Bernoulli'schen Gesetzen aus dem Arbeitsdruck der Düsenanordnung (Druck des zugeführten Gases) und dem Durchmesser der Zufuhrleitung 27 berechnet werden. Bei einem Arbeitsdruck  $p = 40$  bar ergeben sich bei einem Strahlquerschnitt von  $200\text{ }\mu\text{m}$  ein Volumenstrom von  $1.53\text{ cm}^3/\text{s}$  und Massenstrom von  $4.6\text{ g/s}$ . Für einen Strahlquerschnitt von  $20\text{ }\mu\text{m}$  ergeben sich entsprechend ein Volumenstrom von  $0.0153\text{ cm}^3/\text{s}$  und ein Massenstrom von  $0.046\text{ g/s}$ . Die von der Wärmeaustauschereinrichtung 20 abzuführende Wärmemenge zur Kühlung des zunächst zugeführten Gasstroms, zu dessen  
25 Kondensation und schließlich zur Einstellung der Arbeitspunkttemperatur lässt sich aus dem Volumen- oder Massenstrom und den thermodynamischen Eigenschaften des Arbeitsmaterials ermitteln. Für Xenon ergeben sich für die Verflüssigung pro Gramm und Sekunde eine erforderliche Kühlleistung von rd.  $110\text{ W}$ . Zur Erzeugung eines Xenon-Strahls mit einem Durchmesser von  $30\text{ }\mu\text{m}$  sind rd.  $15\text{ W}$  erforderlich.  
30

Für eine genaue Kühlung der Flüssigkeit auf die Arbeitspunkttemperatur werden die geometrischen Parameter der Wärmeaus-

tauschereinrichtung 20 und der in dieser verlaufenden Zufuhr-  
leitung 27 vorzugsweise auf der Grundlage der folgenden Über-  
legungen optimiert. Die Temperaturdifferenz zwischen der  
strömenden Flüssigkeit und der Wandtemperatur der Zufuhrlei-  
5 tung hängt insbesondere von der Länge der durchströmten Zu-  
fuhrleitung und dem Volumenstrom der Flüssigkeit ab. Nach ei-  
ner charakteristischen Länge  $L_{1/2} = \text{Vol} \cdot \sigma \cdot c_p \cdot \lambda^{-1} \cdot 0.053$   
halbiert sich die Temperaturdifferenz (Vol: Volumenstrom,  $\sigma$ :  
Massendichte,  $c_p$ : spezifische Wärme,  $\lambda$ : Wärmeleitung). Für  
10 Xenon ergibt sich bei einem Strahldurchmesser von 32  $\mu\text{m}$  und  
einem Arbeitsdruck von 40 bar eine Halbwert-Kühlänge von rd.  
16 cm. Um die relative Temperaturabweichung geringer als 1 %  
einzustellen, wird die Länge der Zufuhrleitung in der Wärme-  
austauschereinrichtung entsprechend einem Vielfachen der  
15 Halbwerts-Kühlänge eingestellt. Diese auch als Wärmetauscher-  
länge bezeichnete Größe ist vorzugsweise mindestens 5-fach,  
besonders bevorzugterweise mindestens 10-fach länger als die  
Halbwert-Kühlänge  $L_{1/2}$ . Für Xenon ergeben sich für die ge-  
wünschte Kühlung um rd. 100 K mit den angegebenen Beispiel-  
20 werten und einer Wärmetauscherlänge von rd. 80 cm eine rela-  
tive Temperaturabweichung, die geringer als 0.2 K ist. Dies  
kann für Präzisionsanwendungen der Erfindung einen entschei-  
denden Vorteil im Vergleich zu herkömmlichen Düsensystemen  
darstellen.

25

Für Argon als Targetmaterial ergeben analoge Abschätzungen  
eine Wärmetauscherlänge, die etwa ein Viertel der Wärmetau-  
scherlänge für Xenon beträgt. Die Wärmetauscherlänge steigt  
linear mit dem gewünschten Massenstrom des gasförmigen Tar-  
30 getmaterials. Für einen 200  $\mu\text{m}$ -Xenonstrahl wäre eine Wärme-  
tauscherlänge von rd. 8 m erforderlich.

Die Einstellung der Temperatur im Kühlmedium in der Wärmeaus-  
tauschereinrichtung 20 kann schließlich unter Berücksichti-

gung der Wärmeleitungseigenschaften des Wandmaterials der Zufuhrleitung erfolgen. Die Dicke des Wandmaterials wird mit Blick auf eine ausreichende Druckfestigkeit und einen guten Wärmedurchgang mit zum Beispiel 0.5 mm gewählt.

5

Die hier illustrierten thermodynamischen Überlegungen zeigen, dass die Einstellung des p-T-Arbeitspunktes für eine Minimierung der Einfrierlänge a mit ausreichender Genauigkeit allein aus Materialgrößen und Betriebsparametern der Düsenanordnung  
10 abgeleitet werden kann. Gemäß bevorzugten Ausführungsformen der Erfindung ist alternativ oder ergänzend eine Regelung der Arbeitspunkttemperatur in Abhängigkeit von einer Temperatur- oder Dampfdruckmessung in der Wärmeaustauschereinrichtung 20 oder einer optischen Beobachtung der Einfrierlänge möglich.  
15 Die optische Beobachtung erfolgt beispielsweise mit einem Mikroskop, dessen Strahlengang durch ein transparentes Fenster einer Vakuumkammer auf die Düse 30 gerichtet ist. Da nach dem Einfrieren des Targetmaterials dieses im Vakuum im Wesentlichen keine weiteren Veränderungen erfährt, kann die  
20 freie Filamentlänge b erheblich vergrößert werden. Die Fokussierung des Laserstrahls 4 auf das Filament 1 erfolgt bspw. mit einer Filamentlänge b von 20 cm.

Eine bevorzugte Ausführungsform der erfindungsgemäßen Düsenanordnung 10 ist mit weiteren Einzelheiten in Figur 3 illustriert. Die Düsenanordnung 10 umfasst die Wärmeaustauschereinrichtung 20 und den Düsenkopf 30. Die Wärmeaustauschereinrichtung 20 umfasst ein Kühlmedium-Gefäß, dass durch einen Kühlmantel 21 gebildet wird, der an seinem freien, vakuumseitigen Ende 22 mit einer Stirnwand und dem Düsenkopf 30 und an  
30 seinem entgegengesetzten Ende mit einer Abschlussplatte 23 verschlossen ist. Das Gefäß dient der Aufnahme eines Kühlmediums, das durch eine erste Kühlmedium-Leitung 24 zugeführt und eine zweite Kühlmedium-Leitung 25 abgeführt werden kann.

Die Kühlmedium-Leitungen 24, 25 sind mit einem Thermostaten 50 verbunden (siehe Figur 4). Zur Realisierung eines Gegenstromkühlers ragt die erste Kühlmedium-Leitung 24 bis zum freien Ende 22 des Kühlmantels, während die zweite Kühlmedium-Leitung 25 an der Anschlussplatte 23 endet.

In der Wärmeaustauscheinrichtung 20 ist ein Temperatursensor 24 angeordnet, dessen Sensorsignale über eine Anschlussleitung durch die Anschlussplatte 23 nach außen abgeleitet werden können.

Die Zufuhrleitung 27 für das Targetmaterial erstreckt sich spiralförmig von der Anschlussplatte 23 bis zum Düsenkopf 30. Die Zufuhrleitung 27 ist eine Kapillare mit einem Innendurchmesser von 1/16 (entsprechend rd. 0.16 mm).

Der Kühlmantel 21 besteht z. B. aus Edelstahl. Er besitzt einen Innendurchmesser von rd. 12 mm. Die Länge des Kühlmantels kann in Abhängigkeit von der gewünschten Wärmetauscherlänge der Zufuhrleitung 27 gewählt werden und beträgt bspw. 17 cm oder 40 cm. Die Zufuhrleitung besteht aus einem inerten Material, zum Beispiel Edelstahl oder Titan, und besitzt eine Wanddicke von rd. 0.5 mm.

Der Düsenkopf 30, der unten mit weiteren Einzelheiten unter Bezugnahme von Figur 7 erläutert wird, ist über eine Dichtung mit hoher Wärmeleitfähigkeit, die vorzugsweise aus einer Cu-Be-Legierung besteht, mit dem Ende der Zufuhrleitung 27, verbunden.

Figur 4 zeigt die Anbringung der erfindungsgemäßen Düsenanordnung 10 an der Wand einer Vakuumkammer 70. Die Kühlmedium-Zufuhr- und Abfuhrleitungen 24, 25 führen zu einem Thermosta-

ten 40. Die Zufuhrleitung 27 ist mit einem Reservoir 61 einer Targetquelle 60 verbunden.

Erfindungsgemäß kann die Düsenanordnung mit einer Abschirm-  
5 einrichtung ausgestattet sein, die zur thermischen Isolation in Austrittsrichtung vor der Düse 30 angeordnet ist. Es ist beispielsweise ein Hitze- oder Abschirmschild 35, zum Beispiel aus Stahl oder Graphit, als Diaphragma mit einer Durchtrittsöffnung für das Filament 1 vorgesehen. Das Abschirm-  
10 schild 35 ist zwischen dem Bestrahlungsort (Fokus 4 des Lasers, siehe Figur 1) und der Düse 30 angeordnet und zum Beispiel an der Wand der Vakuumkammer 70 befestigt. Sie unterdrückt eine unerwünschte Erwärmung der Düse und verbessert die starre Ankopplung der Düsentemperatur an die Temperatur  
15 im Wärmetauscher. Der Abstand des Abschirmschildes 35 von der Düse 30 beträgt zum Beispiel 5 cm.

Die Ausrichtung der Düsenanordnung 10 kann von der vertikalen Richtung mit dem Austritt von oben nach unten abweichend gewählt werden. Es kann insbesondere eine horizontale Ausrichtung oder eine vertikale Ausrichtung mit dem Austritt von unten nach oben ("Über-Kopf-Anordnung") vorgesehen sein. In diesem Fall kann zur Vermeidung eines unerwünschten Rückflusses durch die Zufuhrleitung in dieser ein Drahtbündel oder  
20 ein Porenfilter vorgesehen sein, die eine Dochtwirkung besitzen. Das Drahtbündel besteht zum Beispiel aus Drahtstücken der Länge 10 mm und des Durchmessers 10 µm.

Die Düsenanordnung 10 ist gemäß einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung mit einer Befestigungseinrichtung 40  
30 ausgestattet, die der Fixierung an einem Vakuumflansch der Vakuumkammer 70 dient und mit weiteren Einzelheiten in Figur 5 gezeigt ist. Die Befestigungseinrichtung 40 umfasst einen seitlich umlaufenden Kragen 41. Auf einer Seite des Kragens



41 ist eine umlaufende Nut, 42 zur Aufnahme einer Dichtung bei der Anbringung der Befestigungseinrichtung 40 an dem Anschlussflansch vorgesehen. Auf der entgegengesetzten Seite besitzt der Kragen 41 ein Halterohr 43, mit dem der Kühlmantel 21 der Wärmeaustauscheinrichtung 20 druckdicht lösbar verbunden werden kann, und einen Vorsprung 44 mit einem Außengewinde zur Anbringung einer Abschirmhülse 44 der Kühlmedium-Leitungen (siehe Figur 6). Die Verbindung des Kühlmantels 21 mit dem Halterohr 43 erfolgt durch eine Quetschverschraubung mit leicht wechselbaren, an sich bekannten hoch- und tieftemperaturbeständigen Kunststoffdichtungen oder Metallschneidringen.

Ein besonderer Vorteil der Befestigungseinrichtung 40 besteht darin, dass die Düsenanordnung 10 mit geringem Aufwand schnell montiert oder demontiert werden kann. Dies ist insbesondere bei Anwendungen in Produktionsabläufen in der Praxis beim Ersatz von Düsenköpfen von Bedeutung. Vorteilhafterweise dauert ein Austausch einer erfindungsgemäßen Düsenanordnung einschließlich der erforderlichen Auftau- und Kühlzeiten nur rd. 30 Minuten.

Der Thermostat 50 ist ein an sich bekannter, kommerziell verfügbarer Umlaufkryostat. Das Kühlmedium wird mit einer Umwälzpumpe über die Kühlmedium-Zufuhrleitung 24 in die Wärmeaustauschereinrichtung 20 und über die Kühlmedium-Abfuhrleitung 25 zurück zum Kryostaten bewegt. Als Kühlmedium wird bspw. Isopentan verwendet, das insbesondere für den Düsenbetrieb im Bereich von  $-130^{\circ}\text{C}$  bis  $0^{\circ}\text{C}$  von Vorteil ist. Alternativ kann zum Beispiel Methan oder ein Kaltgas, wie zum Beispiel Stickstoff- oder Helium-Dampf verwendet werden. Die Kühlmedium-Leitungen 24, 25 werden durch die Hülse 51 und eine flexible Vakuumummantelung 52 thermisch isoliert (siehe Figur 6). Damit werden Energieverluste entlang der Leitungen

vermieden, und die Einstellung der Arbeitspunkttemperatur in der Wärmeaustauschereinrichtung verbessert. Des Weiteren werden vorteilhafterweise Niederschläge aus der Umgebungsluft auf den Leitungen 24, 25 vermieden. Die Hülse 51 kann über  
5 das Schraubgewinde (bei 53) mit dem Vorsprung 44 der Befestigungseinrichtung 40 verbunden werden (siehe Figur 5).

Die räumliche Trennung der Düsenanordnung 10 und des Thermostaten 50 besitzt den zusätzlichen Vorteil, dass Schwingungen  
10 gedämpft werden, die durch den Thermostatenbetrieb verursacht werden. Aus diesem Grund besitzen die Kühlmedium-Zufuhr- und -abfuhrleitungen 24, 25 vorzugsweise eine Länge von mindestens 1 m.

15 Figur 7 illustriert das Austrittsende 31 der Düse 30 in vergrößerter Schnittansicht. Die Düse 30 besitzt eine sich verjüngende, stetige Innenkontur 32, die nach innen konvex gewölbt ist. Für einen wirbelfreien Austritt des Flüssigkeitsstrahls aus der Düse 30 wird vorzugsweise ein Neigungswinkel  
20 der Innenkontur 32 relativ zur Düsenachse 33 gewählt, der kleiner als  $45^\circ$  ist. Die Düse 30 besteht bspw. aus Quarzglas oder einem anderen inerten, korrosionsarmen Material. Der Durchmesser am Austrittsende beträgt rd. 20 bis 60  $\mu\text{m}$ .

25 Zur erfindungsgemäßen Erzeugung fester Filamente 1 in der Vakuumkammer 70 erfolgt zunächst eine Anlaufphase, in der das gasförmige Targetmaterial vom Reservoir 61 unter Druck durch die Düsenanordnung 10 strömt, während diese gekühlt wird. Sobald die Kühlung in der Wärmeaustauschereinrichtung 20 aus-  
30 reicht, um das Targetmaterial zu verflüssigen, wird der flüssige Strahl 2 in die Vakuumkammer 70 injiziert. Die weitere Temperatureinstellung bis zu gewünschten Arbeitspunkttemperatur kann durch die Messung der Temperatur in der Wärmeaustauschereinrichtung und entsprechende Steuerung der Kühlmittel-

temperatur am Kryostaten und/oder die optische Beobachtung der Einfrierlänge  $a$  (siehe Figur 1) erfolgen.

5 Eine abgewandelte Ausführungsform der erfindungsgemäßen Düsenanordnung 10 ist mit weiteren Einzelheiten in Figur 8 illustriert. Die Düsenanordnung 10 umfasst die Wärmeaustauschereinrichtung 20 und den Düsenkopf 30, der über ein zusätzliches Zwischenstück 34 mit der Wärmeaustauschereinrichtung 20 und der Zufuhrleitung 27 verbunden, zum Beispiel verschraubt ist. Das Zwischenstück 34 erleichtert die Austauschbarkeit und ggf. Verstellbarkeit der Düse 30. Die übrigen Einzelheiten entsprechen dem Aufbau von Figur 3.

15 Das Zwischenstück 34 kann abgewinkelt sein und die Austrittsrichtung der Düse relativ zur Achse des Kühlmantels um zum Beispiel  $90^\circ$  abwinkeln. In diesem Fall können sich Vorteile für einen vereinfachten Einbau ergeben der Düsenanordnung in eine Vakuumkammer ergeben.

20 Zwischen der Düse 30 oder dem Zwischenstück 34 und dem Kühlmantel kann eine Balgverbindung vorgesehen sein. Die Balgverbindung, die zum Beispiel ein Teil des Kühlmantels ist, ermöglicht eine flexible Verstellung der Austrittsrichtung der Düse. Die kapillarförmige Zufuhrleitung 27 kann aufgrund ihrer Flexibilität vorteilhafterweise einer derartigen Verstellung folgen.

30 Figur 9 illustriert die Vorteile der Erfindung am Beispiel von mit einem Mikroskop aufgenommenen Bildern des Austrittsendes einer Düse. Bei der herkömmlichen Technik (ohne Einstellung des gewünschten Arbeitspunktes) zerlegt sich der Strahl in unregelmäßige Teilströmungen, die sich wie ein Spray in den Raum erstrecken (linkes Bild). Erfindungsgemäß wird der stabile Strahl erzeugt, der sich zerfallsfrei in das

Vakuum erstreckt (rechtes Bild). Die Phasengrenze ist unmittelbar nach dem Austrittsende der Düse erkennbar.

5 In Figur 10 ist ein Beispiel einer erfindungsgemäßen Röntgenquelle schematisch illustriert. Die Röntgenquelle umfasst eine Targetquelle 60, die mit einer temperierbaren Vakuumkammer 70 verbunden ist, eine Bestrahlungseinrichtung 71 und eine Sammeleinrichtung 72.

10 Die Targetquelle 60 umfasst das Reservoir 61 für ein Targetmaterial, die Zufuhrleitung 27 und die erfindungsgemäße Düsenanordnung 10, die mit dem Thermostaten verbunden ist (nicht dargestellt). Mit einer (nicht dargestellten) Betätigungseinrichtung, die bspw. eine Pumpe oder eine piezoelektrische Fördereinrichtung umfasst, wird das Targetmaterial zu  
15 der Düsenanordnung 10 geführt und von dieser wie oben beschriebenen in die Vakuumkammer 70 injiziert.

Die Bestrahlungseinrichtung 71 umfasst eine Strahlungsquelle  
20 73 und eine Bestrahlungsoptik 74, mit der Strahlung von der Strahlungsquelle 73 auf das Targetmaterial 1 fokussierbar ist. Die Strahlungsquelle 73 ist bspw. ein Laser, dessen Licht ggf. mit Hilfe von Umlenkspiegeln (nicht dargestellt) hin zu dem Targetmaterial 1 gelenkt wird. Alternativ kann als  
25 Bestrahlungseinrichtung 71 eine Ionenquelle oder eine Elektronenquelle vorgesehen sein, die mit in der Vakuumkammer 70 angeordnet ist.

Die Sammeleinrichtung 72 umfasst einen Aufnehmer 75 z. B. in  
30 Form eines Trichters oder einer Kapillare, der das Targetmaterial, das nicht unter Einwirkung der Bestrahlung verdampft ist, aus der Vakuumkammer 70 entfernt und in einen Sammelbehälter 76 leitet.

Die Vakuumkammer 70 umfasst ein Gehäuse mit mindestens einem ersten Fenster 77, durch das das Targetmaterial 1 bestrahlbar ist, und mindestens einem zweiten Fenster 78, durch das die generierte Röntgenstrahlung austritt. Das zweite Fenster 78 ist optional vorgesehen, um die generierte Röntgenstrahlung aus der Vakuumkammer 70 für eine bestimmte Anwendung auszukoppeln. Falls dies nicht erforderlich ist, kann auf das zweite Fenster 78 verzichtet werden. Die Vakuumkammer 70 ist ferner mit einer Vakuumeinrichtung 79 verbunden, mit der in der Vakuumkammer 70 ein Unterdruck erzeugt wird. Dieser Unterdruck liegt vorzugsweise unterhalb von  $10^{-5}$  mbar. Die Bestrahlungsoptik 74 ist ebenfalls in der Vakuumkammer 70 angeordnet. Wenn die Vakuumeinrichtung 79 eine Kryopumpe ist, werden vorteilhafterweise unerwünschte mechanische Schwingungen in der Vakuumkammer vermieden.

Das zweite Fenster 78 besteht aus einem für weiche Röntgenstrahlung transparenten Fenstermaterial, z. B. aus Beryllium. Wenn das zweite Fenster 78 vorgesehen ist, kann sich eine evakuierbare Bearbeitungskammer 90 anschließen, die mit einer weiteren Vakuumeinrichtung 91 verbunden ist. In der Bearbeitungskammer 90 kann die Röntgenstrahlung zur Materialbearbeitung auf ein Objekt abgebildet werden. Es ist bspw. eine Röntgenlithographieeinrichtung 92 vorgesehen, mit der die Oberfläche eines Halbleitersubstrats bestrahlt wird. Die räumliche Trennung der Röntgenquelle in der Vakuumkammer 70 und der Röntgenlithographieeinrichtung 92 in der Bearbeitungskammer 90 besitzt den Vorteil, dass das zu bearbeitende Material nicht Ablagerungen von verdampftem Targetmaterial ausgesetzt wird.

Die Röntgenlithographieeinrichtung 92 umfasst bspw. einen Filter 93 zur Selektion der gewünschten Röntgen-Wellenlänge, eine Maske 94 und das zu bestrahlende Substrat 95. Zusätzlich



können Abbildungsoptiken (bspw. Spiegel) vorgesehen sein, um die Röntgenstrahlung auf die Röntgenlithographieeinrichtung 91 zu lenken.

- 5 Die Erfindung ist nicht auf die vorstehend beschriebenen bevorzugten Ausführungsbeispiele beschränkt. Vielmehr ist eine Vielzahl von Varianten und Abwandlungen möglich, die ebenfalls von dem Erfindungsgedanken Gebrauch machen und deshalb in den Schutzbereich fallen.

### Patentansprüche

- 5 1. Verfahren zur Erzeugung eines festen Filaments (1) aus einer Flüssigkeit (2) in einer Vakuumkammer (70), mit den Schritten:
- Verflüssigung eines Gases in einer Wärmeaustauschereinrichtung (20) zur Erzeugung der Flüssigkeit (2), und
  - 10 - Zuführung der Flüssigkeit (2) über eine Zufuhrleitung (27) und durch eine Düse (30) in die Vakuumkammer (70),  
**dadurch gekennzeichnet, dass**
    - die Verflüssigung des Gases in der Wärmeaustauschereinrichtung (20) die Einstellung eines p-T-Arbeitspunktes der Flüssigkeit (2) umfasst, bei dem die Flüssigkeit (2) nach dem
    - 15 Austritt aus der Düse (30) in die Vakuumkammer (70) in den festen Aggregatzustand überführt wird und einen kollimierten und stabilen Strahl bildet.
- 20 2. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem die Einstellung des p-T-Arbeitspunktes der Flüssigkeit (2) eine Temperierung der Flüssigkeit in der Wärmeaustauschereinrichtung (20) auf eine Arbeitpunkttemperatur  $T_0$  umfasst, unterhalb derer die Flüssigkeit fest wird.
- 25 3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, bei dem die Einstellung des p-T-Arbeitspunktes der Flüssigkeit (2) eine Temperierung der Flüssigkeit (2) in der Wärmeaustauschereinrichtung (20) auf eine Arbeitpunkttemperatur  $T_0$  umfasst, die weniger als
- 30 1 Grad über dem Tripelpunkt  $T_T$  der Flüssigkeit (2) liegt.
4. Verfahren nach mindesten einem der vorhergehenden Ansprüche, bei dem die Temperierung der Flüssigkeit (2) erfolgt, während diese durch die Zufuhrleitung (27) strömt.

5. Verfahren nach Anspruch 4, bei dem die Temperierung der Flüssigkeit (2) entlang der Zufuhrleitung (27) bis zur Düse (30) erfolgt.
- 5
6. Verfahren nach mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche, bei dem entlang der Zufuhrleitung (27) in der Wärmeaustauschereinrichtung (20) ein Temperaturgradient gebildet wird, der kleiner als 2 Grad/cm ist.
- 10
7. Verfahren nach mindesten einem der vorhergehenden Ansprüche, bei dem die Temperierung in der Wärmeaustauschereinrichtung (20) mit einem flüssigen Kühlmedium erfolgt.
- 15
8. Verfahren nach Anspruch 7, bei dem die Temperatur des Kühlmediums mit einem Thermostaten (40) eingestellt wird.
9. Verfahren nach Anspruch 7 oder 8, bei dem in der Wärmeaustauschereinrichtung (20) eine Temperatur oder ein Dampfdruck
- 20
- des Kühlmediums gemessen wird.
10. Verfahren nach mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche, bei dem eine optische Messung der in die Vakuumkammer (70) austretenden Flüssigkeit (2) erfolgt.
- 25
11. Verfahren nach Anspruch 9 oder 10, bei dem mindestens einer der Parameter Druck des Gases, Zufuhrvolumen des Kühlmediums und Temperatur des Kühlmediums in der Wärmeaustauschereinrichtung (20) in Abhängigkeit vom Ergebnis der Temperatur-
- 30
- messung, der Dampfdruckmessung oder der optischen Messung eingestellt wird.
12. Verfahren nach Anspruch 11, bei dem zur Einstellung des mindestens einen Parameters ein Regelkreis gebildet wird.

13. Verfahren nach mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche, bei dem die Flüssigkeit (2) in der Düse (30) einer Strahlformung unterzogen wird.

5

14. Verfahren nach mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche, bei dem das zugeführte Gas ein Edelgas ist.

15. Verfahren nach Anspruch 14, bei dem das zugeführte Gas Xenon ist.

16. Verfahren nach mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche, bei dem der p-T-Arbeitspunkt der Flüssigkeit (2) so gewählt ist, dass die Flüssigkeit (2) nach dem Austritt aus der Düse (30) innerhalb einer Einfrierlänge (a) fest wird, die geringer als 10 mm ist.

17. Düsenanordnung (10), insbesondere zur Erzeugung fester Filamente (1) in einem Vakuum, die umfasst:

- 20 - eine Wärmeaustauschereinrichtung (20) zur Erzeugung einer Flüssigkeit (2) aus einem Gas, und
- eine Zufuhrleitung (27) mit einer Düse (30), durch die die Flüssigkeit (2) in das Vakuum austreten kann,

**dadurch gekennzeichnet, dass**

25 - die Wärmeaustauschereinrichtung (20) zur Einstellung eines p-T-Arbeitspunktes der Flüssigkeit (2) derart eingerichtet ist, dass die Flüssigkeit (2) nach dem Austritt aus der Düse (30) in das Vakuum in den festen Aggregatzustand und eine kollimierte und stabile Strahlform überführt werden kann.

30

18. Düsenanordnung nach Anspruch 17, bei der sich die Wärmeaustauschereinrichtung (20) entlang der Zufuhrleitung (27) erstreckt.

19. Düsenanordnung nach Anspruch 18, bei der sich die Wärmeaustauschereinrichtung (20) entlang der Zufuhrleitung (27) bis zur Düse (30) erstreckt.
- 5 20. Düsenanordnung nach mindestens einem der Ansprüche 17 bis 19, bei der sich die Wärmeaustauschereinrichtung (20) über eine Länge von mindestens 40 cm entlang der Zufuhrleitung erstreckt.
- 10 21. Düsenanordnung nach mindestens einem der Ansprüche 17 bis 20, bei der die Zufuhrleitung (27) gewunden durch die Wärmeaustauschereinrichtung (20) verläuft.
- 15 22. Düsenanordnung nach mindestens einem der Ansprüche 17 bis 21, bei der die Zufuhrleitung (27) eine Wanddicke im Bereich von 0.1 mm bis 0.5 mm besitzt.
- 20 23. Düsenanordnung nach mindestens einem der Ansprüche 17 bis 22, bei der die Wärmeaustauschereinrichtung (20) ein Gegenstromkühler ist.
- 25 24. Düsenanordnung nach mindestens einem der Ansprüche 17 bis 23, bei der die Wärmeaustauschereinrichtung (20) ein flüssiges Kühlmedium enthält.
- 30 25. Düsenanordnung nach mindestens einem der Ansprüche 17 bis 24, bei der die Wärmeaustauschereinrichtung (20) einen rohrförmigen Kühlmantel (21) aufweist, an dessen Ende (22) die Düse (30) angeordnet ist.
26. Düsenanordnung nach Anspruch 25, bei der die Düse (30) demontierbar am Kühlmantel (21) angeordnet ist.



27. Düsenanordnung nach Anspruch 25 oder 26, bei der die Düse (30) verstellbar am Kühlmantel (21) angeordnet ist, so dass die Orientierung einer Abgaberrichtung der Düse (30) relativ zur Längsausdehnung des Kühlmantels (21) veränderlich ist.

5

28. Düsenanordnung nach mindestens einem der Ansprüche 27 bis 27, bei der eine Abschirmeinrichtung (35) vorgesehen ist, die einer thermischen Isolation der Düse (30) dient.

10 29. Düsenanordnung nach mindestens einem der Ansprüche 25 bis 28, bei der eine Befestigungseinrichtung (50) zur Befestigung des Kühlmantels (21) an einem Vakuumflansch vorgesehen ist.

15 30. Düsenanordnung nach mindestens einem der Ansprüche 25 bis 29, bei der die Wärmeaustauschereinrichtung (20) mit einem Thermostaten (40) verbunden ist, mit dem das Kühlmedium in der Wärmeaustauschereinrichtung (20) temperierbar ist.

20 31. Düsenanordnung nach Anspruch 30, bei der der Thermostat (40) relativ zur Wärmeaustauschereinrichtung (20) schwingungsentkoppelt angeordnet ist.

25 32. Düsenanordnung nach Anspruch 30 oder 31, bei der die Wärmeaustauschereinrichtung (20) über thermisch isolierte Leitungen (24, 25) mit dem Thermostaten verbunden ist.

33. Düsenanordnung nach mindestens einem der Ansprüche 17 bis 32, bei der in der Wärmeaustauschereinrichtung (20) ein Temperatur- oder Dampfdrucksensor angeordnet ist.

30

34. Düsenanordnung nach mindestens einem der Ansprüche 17 bis 33, bei der an der Düse (30) die Zufuhrleitung (27) mit einer vorgegebenen konvexen Innenkontur (32) in eine Austrittsöffnung mündet.

35. Düsenanordnung nach mindestens einem der Ansprüche 17 bis 34, bei der die Düse (30) mit der Zufuhrleitung (27) lösbar verbunden ist, wobei zwischen der Düse (30) und der Zufuhr-  
5 leitung (27) eine Dichtung angeordnet ist, die aus einer Legierung aus Kupfer und Beryllium besteht.

36. Vorrichtung mit einer Vakuumkammer (70) und einer Düsenanordnung (10) nach mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche zur Erzeugung eines festen Filaments aus einer Flüssigkeit in der Vakuumkammer (70).

37. Verwendung eines Verfahrens oder einer Düsenanordnung nach mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche zur Erzeugung eines gefrorenen Filaments mit einer Länge von mindestens 10 cm und einem Durchmesser im Bereich von 10  $\mu\text{m}$  bis 100  $\mu\text{m}$ .

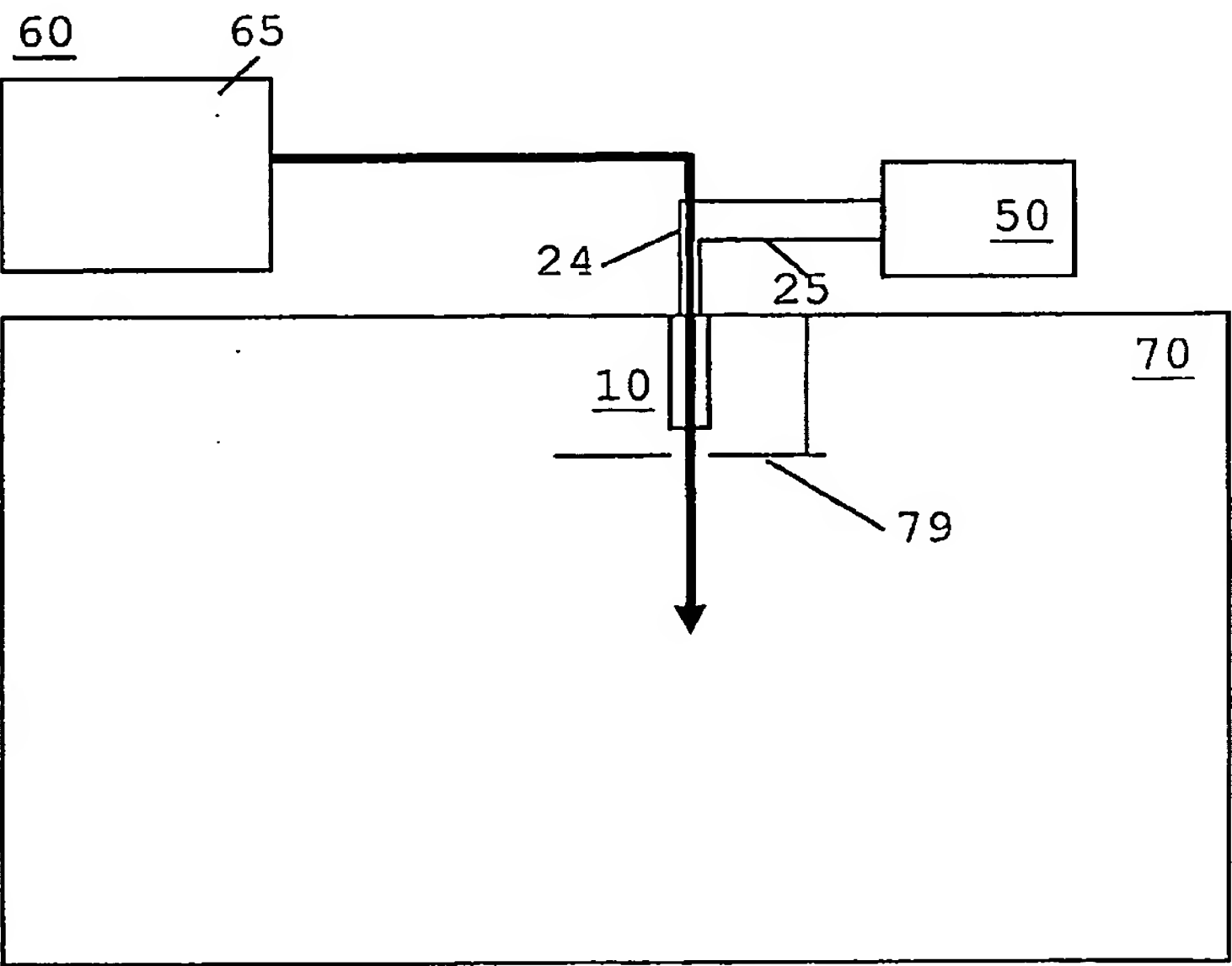
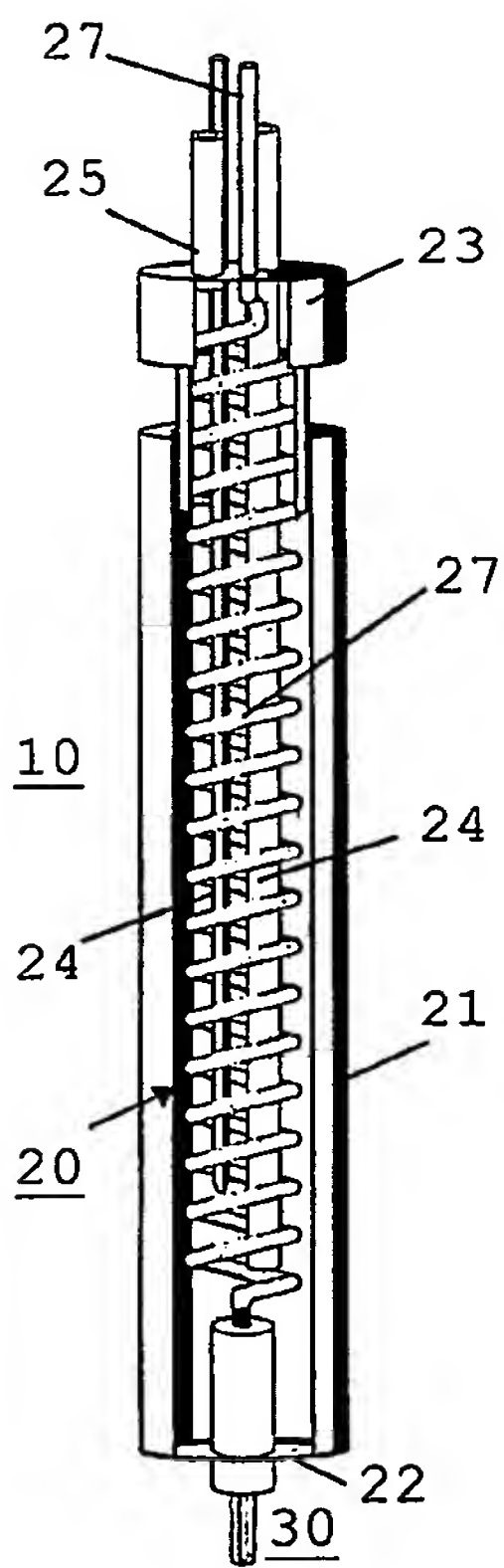
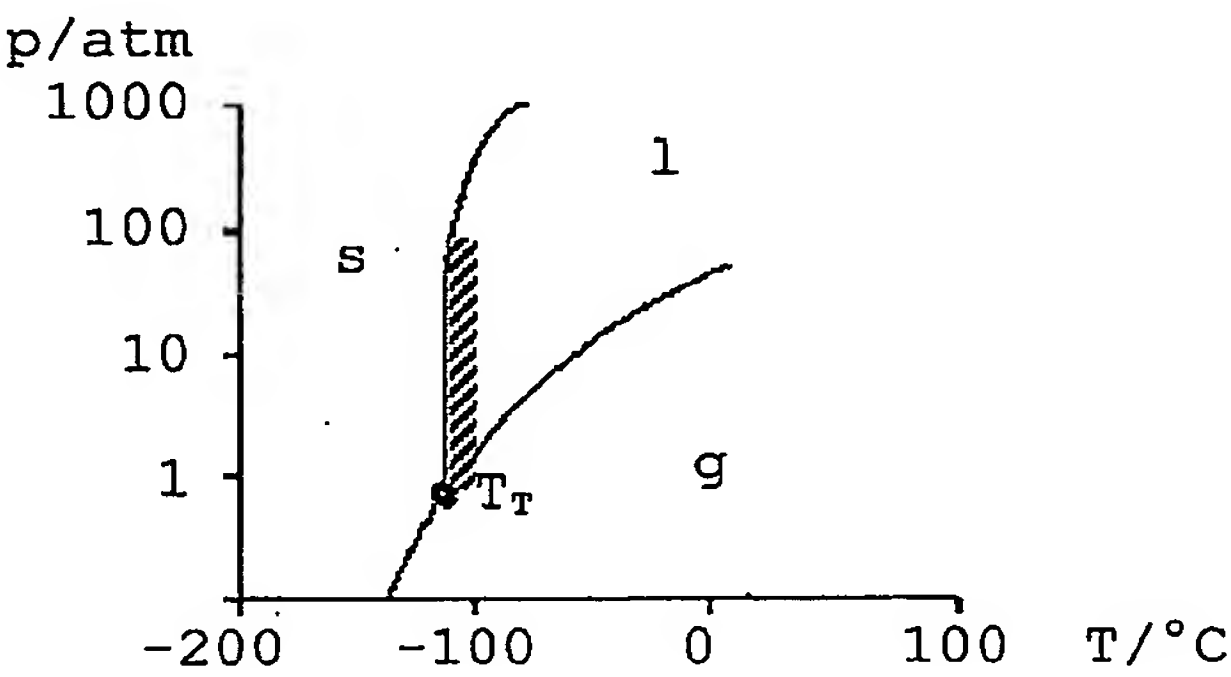
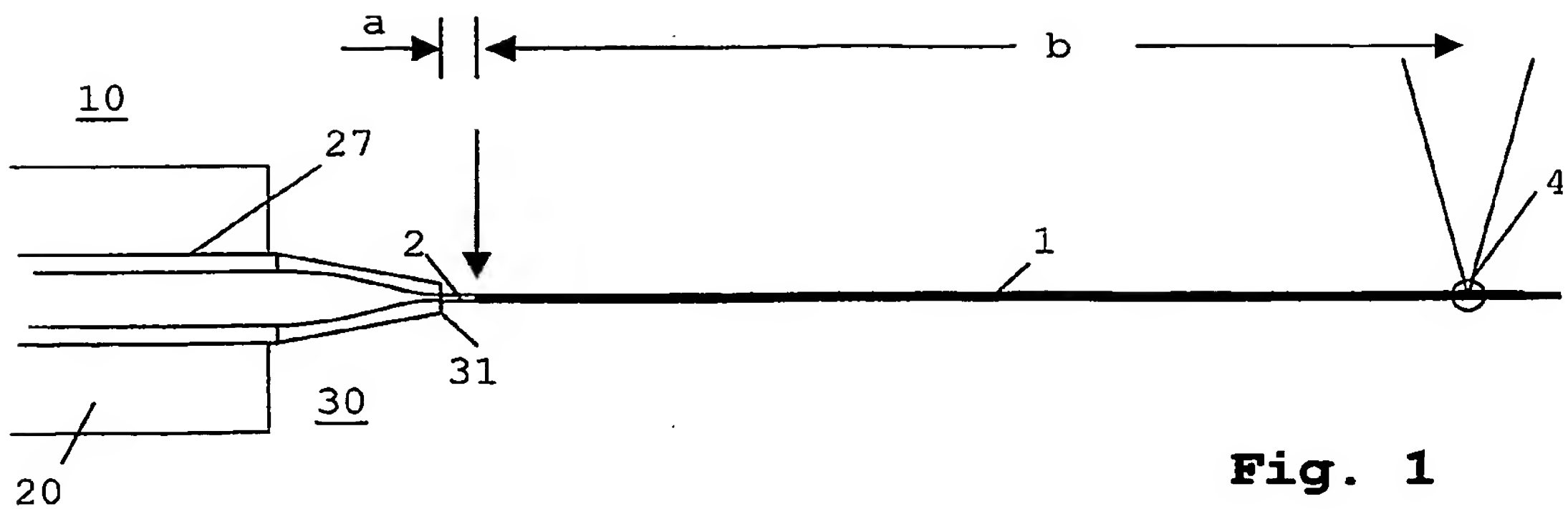
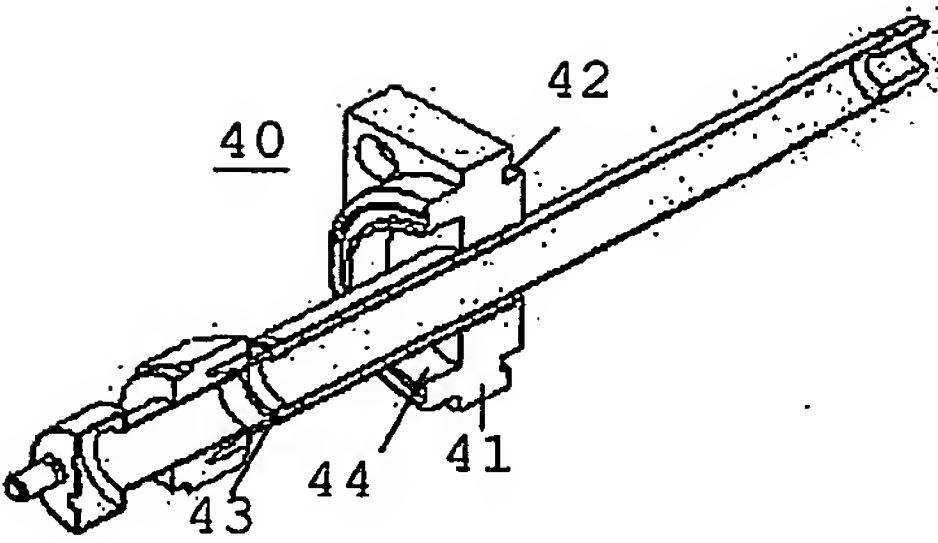
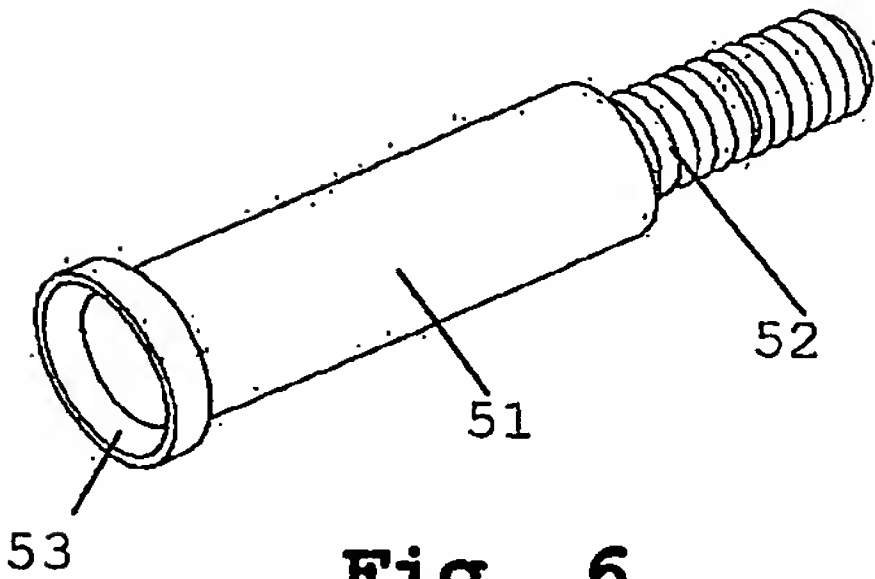


Fig. 3

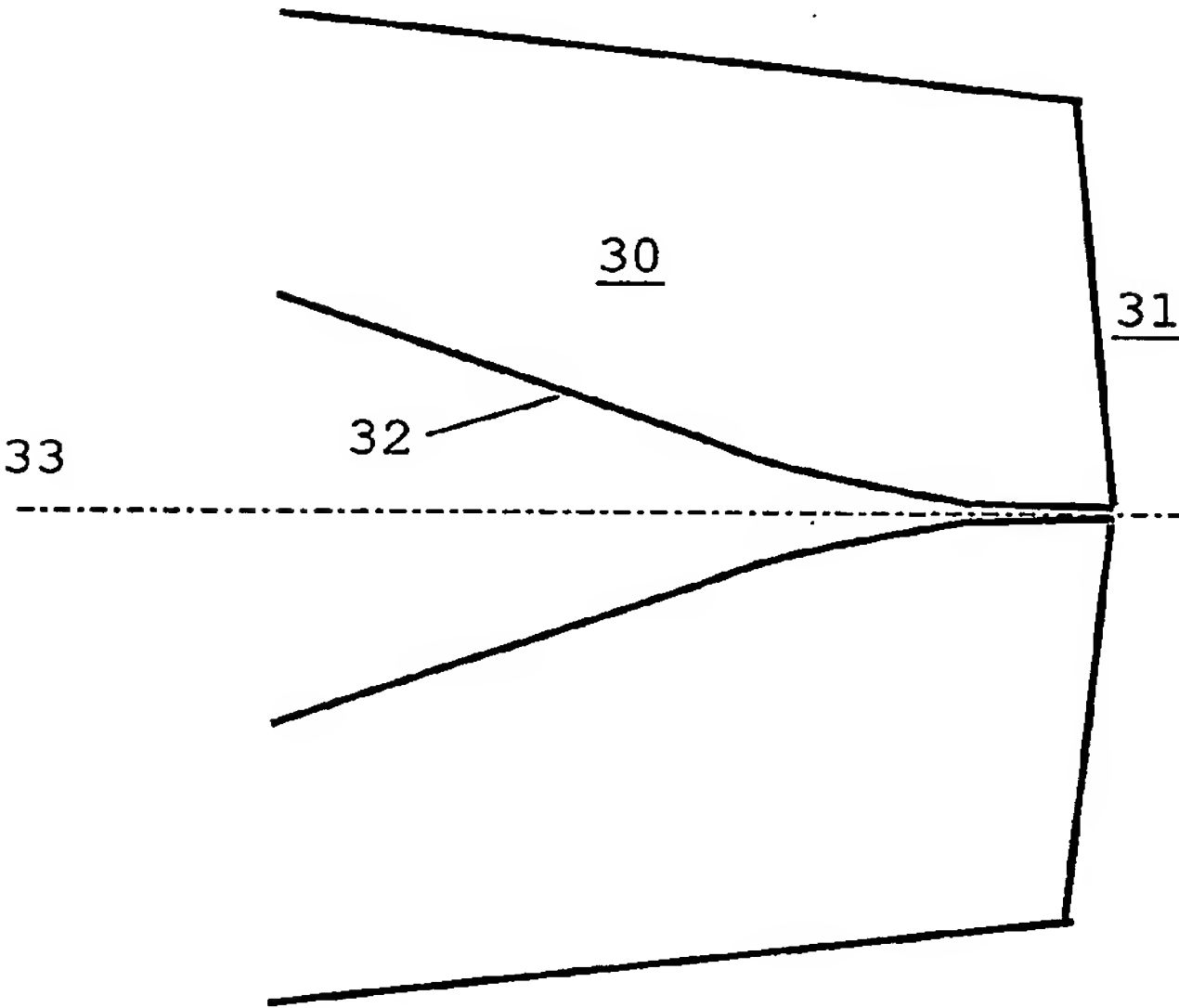
Fig. 4



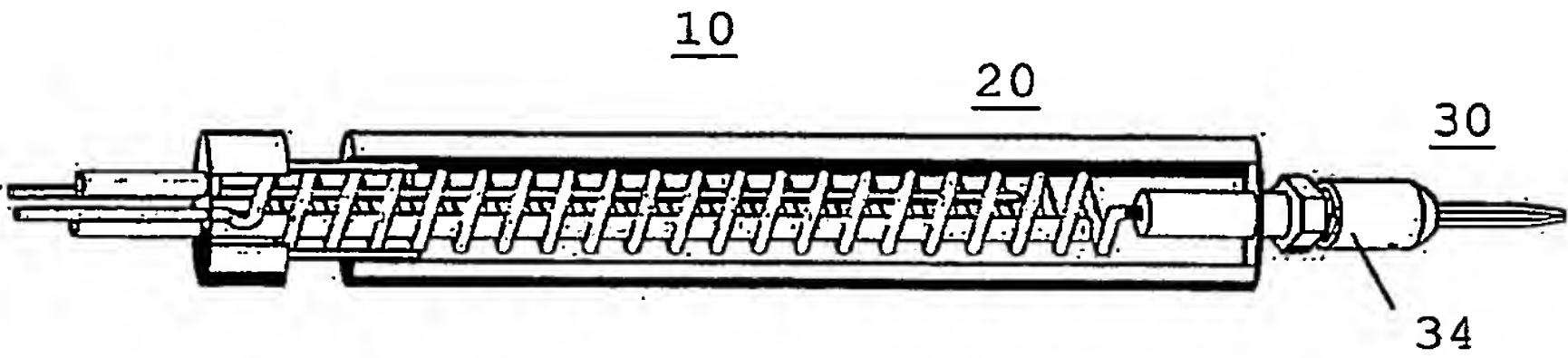
**Fig. 5**



**Fig. 6**



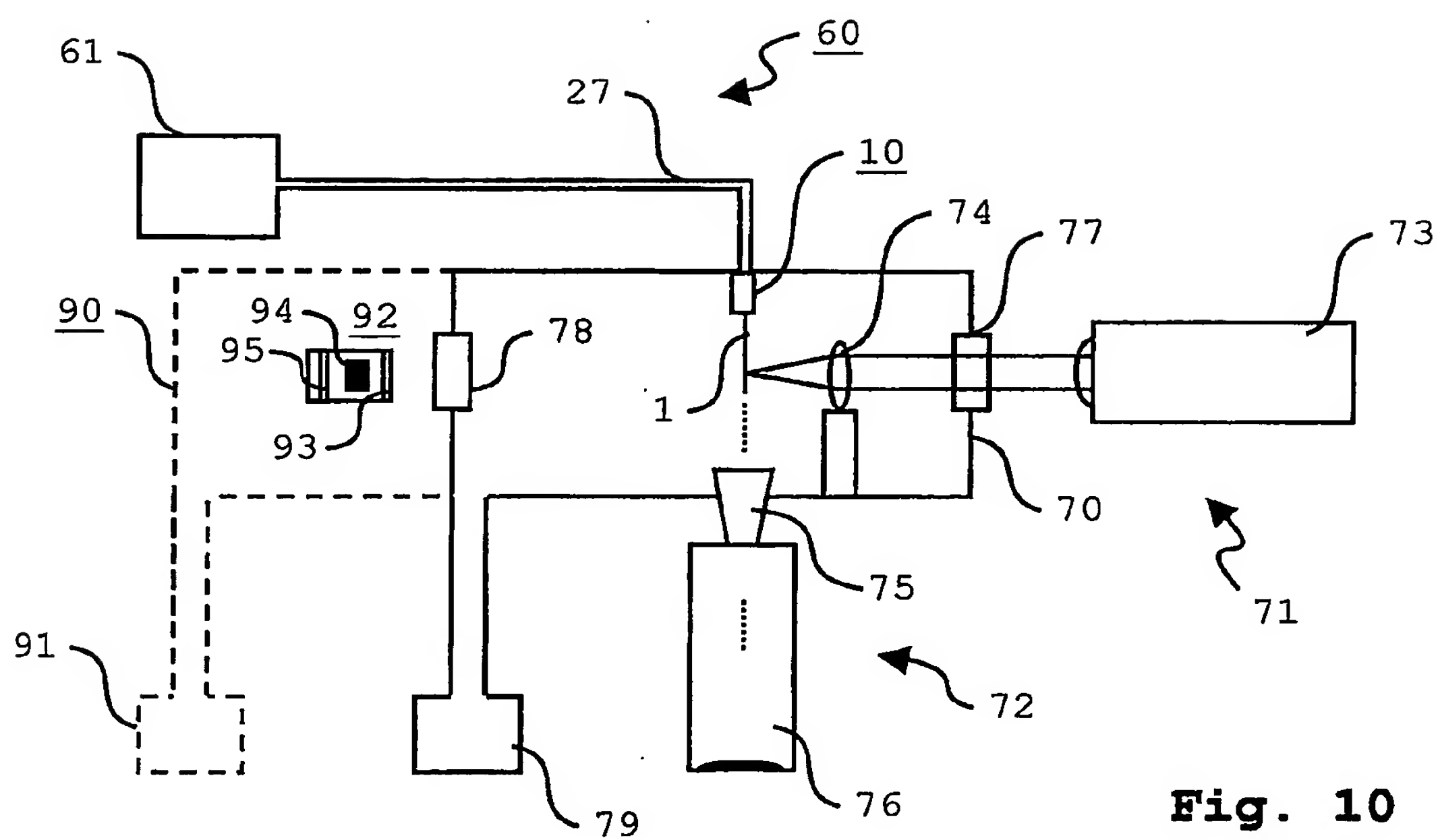
**Fig. 7**



**Fig. 8**



**Fig. 9**



**Fig. 10**